



Refined bleached deodorized palm stearin (RBD Palm stearin)



Daftar isi

Daftar isi.....	i
Pendahuluan.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan.....	1
3 Definisi	1
4 Syarat mutu	2
5 Cara pengambilan contoh.....	2
6 Cara uji	3

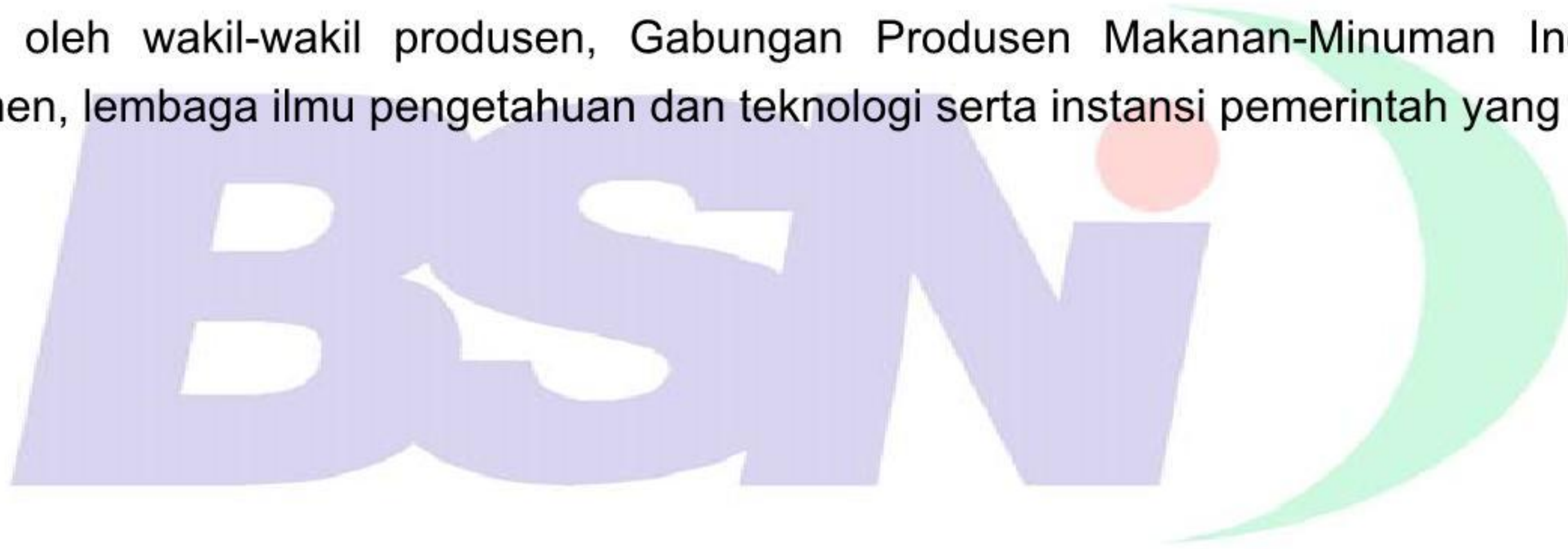


Pendahuluan

Rancangan Standar Nasional Indonesia (RSNJ) Refined bleached deodorized palm stearin (RBD Palm Stearin) ini merupakan revisi SNI 01-0021-1987, Refined bleached deodorized palm stearin (RBD Palm stearin). Standar ini selain diutamakan untuk melindungi konsumen dari segi kesehatan dan keselamatan juga untuk :

- a. Melindungi produsen.
- b. Mendukung perkembangan industri basil pertanian.
- c. Menunjang ekspor non migas.
- d. Menunjang instruksi Menteri Perindustrian No. 04/M/INS/10/1989.

Standar ini disusun berdasarkan hasil pembahasan dalam rapat-rapat teknis, pra konsensus dan terakhir dirumuskan dalam rapat konsensus pada tanggal 10 Desember 1996 yang dihadiri oleh wakil-wakil produsen, Gabungan Produsen Makanan-Minuman Indonesia, konsumen, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi serta instansi pemerintah yang terkait.



Refined bleached deodorized palm stearin (RBD Palm stearin)

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, pengemasan dan syarat penandaan untuk Refined bleached deodorized palm stearin (RBD Palm Stearin).

2 Acuan

- a) Codex Alimentarius Commission, 1995. Report of the Fourteenth Session of the Codex Committee on Fats and Oils. Food and Agriculture Organization of The United Nations. WHO.
- b) Daniel Swern, 1979 ^{Barley's} Industrial Oil and Fat Products Vol. 14th ed. John Wiley & Sons.
- c) Direktorat Standardisasi dan Pengendalian Nutru, 1995. Laporan Pertemuan Teknis Evaluasi/Revisi Standar Produk-produk Minyak Kelapa Sawit Departemen Perdagangan. Jakarta.
- d) Hammarstan, K., 1966. Gas Chromatographic Analysis of Fatty Acids. Varian Aerograph. United States of America.
- e) Hartley, C.W.S., 1977. The Oil Palm Logman. Inc. New York.
- f) SNI 19-0429-1989, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.*
- g) SNI 01-3555-1994, *Cara uji minyak dan lemak.*
- h) SNI 01-0222-1995, *Bahan tambahan makanan.*
- i) SNI 01-2896--1992, *Cara uji cemaran logam.*
- j) SNI 01-3191-1992. *Minyak nabati, Penentuan warna.*
- k) The American Oil Chemists Society, 1994. Official Methods and Recommended Practices of the AOCS Vol. I 4th ed. AOCS Press. Washington, DC.

3 Definisi

Refined bleached deodorized palm stearin (RBD Palm Stearin) ialah minyak fraksi padat berwarna putih kekuningan yang diperoleh dengan cara fraksinasi PhD Palm Oil atau Crude Palm Oil dan telah mengalami proses pemurnian.

4 Syarat mutu

Tabel
Spesifikasi persyaratan mutu

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1.	Keadaan :		
1.1	Warna	-	Merah maks. 2 Kuning maks. 20
1.2	Bau dan rasa	-	Normal
2.	Titik leleh	°C	Min. 50
3.	Air & kotoran , b/b	%	Maks. 0,10
4.	Asam lemak bebas (sebagai asam palmi- tat), b/b	%	Maks. 0.15
5.	Bilangan Iod	g Iod/ 100 g	Maks. 40
6.	Komposisi asam lemak (GC), b/b :	%	
	C12 : 0		≤ 0,5
	C14 : 0		1,1 - 1,8
	C16 : 0		48,4 - 73,8
	C16 : 1		≤ 0,2
	C18 : 0		3,9 - 5,6
	C18 : 1		15,6 - 36,0
	C18 : 2		3,2 - 9,8
	C18 : 3		≤ 0,6
	C20 : 0		≤ 0,6
7.	Bahan tambahan makan- an :		
7.1	Antioksidan		SNI 01-0222-1995
8.	Cemaran logam :		
8.1	Besi (Fe)	mg/kg	Maks. 1,5
8.2	Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks. 0,1
8.3	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 0,1
9.	Cemaran Arsen (As)	mg/kg	Maks. 0,1

5 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0429-1989, Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat.

6 Cara uji

6.1 Keadaan

6.1.1 Warna

Cara uji warna sesuai dengan SNI 01-3191-1992, *Minyak nabati, Penentuan warna*.

6.1.2 Bau dan rasa

Cara uji bau dan rasa sesuai dengan SNI 01-2891-1992, *Cara uji makanan dan minuman*, butir 1..2, diuji secara organoleptik.

6.2 Titik leleh

6.2.1 Prinsip

Titik leleh ditentukan dengan cara pendinginan dan pemanasan suatu contoh.

6.2.2 Peralatan

6.2.2.1 Tabung kapiler gelas, panjang 50-80 mm, 1-mm i.d., 2-mm o.d maks.

6.2.2.2 Termometer, skala -2°C-68°C atau -2°C-80°C yang dikalibrasi.

6.2.2.3 Gelas piala, kapasitas 600 ml.

6.2.2.4 Penangas air.

6.2.3 Cara kerja

6.2.3.1 Cairkan contoh uji dalam gelas piala, saying menggunakan kertas saring.

6.2.3.2 Celupkan minimum 3 buah tabung kapiler ke dalam cairan contoh hingga tinggi cairan contoh dalam tabung 10 mm, lalu kenakan ujung tiap tabung berisi contoh pada es sampai minyak membeku.

6.2.3.3 Letakkan tabung-tabung kapiler tersebut ke dalam gelas piala lalu simpan di dalam lemari es pada suhu 4°C sampai -10°C (40°F-50°F) selama 16 jam atau semalam.

6.2.3.4 Keluarkan tabung kapiler dari lemari es, lalu diikat pada termometer dengan tali karet atau benda pengikat lain hingga ujung tabung kapiler sejajar dengan dasar bawah air raksa (lig) termometer.

6.2.3.5 Celupkan termometer kedalam gelas piala kapasitas 600 ml yang berisi air suling sedalam 3 cm.

6.2.3.6 Atur suhu awal penangas 8°C - 10°C dibawah titik leleh contoh uji, naikan pemanasan dengan kecepatan 1°C/menit, lalu turunkan kecepatan pemanasan menjadi 0,5°C/menit apabila suhu mendekati titik leleh minyak contoh uji.

6.2.3.7 Pemanasan diteruskan sampai masing-masing lemak didalam tabung naik atau menjadi bening, catat temperatur masing-masing tabung kapiler.

6.2.4 Perhitungan

Titik leleh dihitung dari rata-rata temperatur (°C) tabung kapiler = $\frac{T1 + T2 + T3}{3}$

6.3 Penyiapan contoh uji kimia

Penyiapan contoh uji kimia sesuai dengan SNI 01-3555-1994; Cara uji minyak dan lemak, butir 2.1

6.4 Air

Cara uji air sesuai dengan SNI 01-3555-1994, Cara uji minyak dan lemak, butir 4.

6.5 Kotoran

6.5.1 Prinsip

Penyaringan kotoran yang terdapat di dalam minyak, dan penimbangan.

6.5.2 Peralatan

6.5.2.1 Neraca analisis, kapasitas 200 g ketelitian 0,1 mg.

6.5.2.2 Cawan gooch (kaca masir) No. G2. '

6.5.2.3 Oven

6.5.2.4 Pompa vakum

6.5.2.5 Gelas piala, kapasitas 250 ml.

6.5.3 Pereaksi

Petroleum benzin yang memiliki titik didih 40°C - 60°C.

6.5.4 Cara kerja

6.5.4.1 Timbang contoh lebih kurang 20 g kedalam gelas piala.

6.5.4.2 Tambahkan 75 ml larutan petroleum benzin kedalam contoh, dan panaskart diatas penangas air hingga lemaknya larut.

6.5.4.3 Saring larutan dengan menggunakan cawan gooch yang sudah diketahui bobotnya sambil dibantu alai pompa vakum.

6.5.4.4 Cuci cawan gooch beberapa kali dengan 10 ml larutan petroleum benzin.

6.5.4.5 Keringkan cawan gooch beserta isinya didalam oven pada suhu 101° + 1°C selama 45 menit.

6.5.4.6 Dinginkan cawan gooch didalam desikator selama 20 menit, lalu ditimbang.

6.5.4.7 Ulangi pengeringan, pendinginan dan penimbangan hingga selisih bobot antara beberapa penimbangan tidak melebihi dari 0,0005 g.

6.5.4.8 Penentuan dilakukan dua kali pada contoh uji yang lama.

6.5.5 Perhitungan

Kadar kotoran dinyatakan sebagai persentase bobot per bobot :

$$= \frac{M2 - M1}{M} \times 100\%$$

Keterangan :

M adalah bobot contoh uji (g)

M1 adalah bobot cawan gooch (g)

M2 adalah bobot cawan gooch beserta isinya (g)

6.6 Asam lemak bebas

Cara uji asam lemak bebas sesuai dengan SNI 01-3555-1994, Cara uji minyak dan lemak, butir 8.

6.7 Bilangan Iod

Cara uji bilangan Iod sesuai dengan SNI 01-3555-1994, Cara uji minyak dan lemak, butir 6.

6.8 Komposisi asam lemak

6.8.1 Prinsip

Asam-asam lemak yang sudah terbebas dari trigliseridanya dapat dipisahkan dengan penggaraman sehingga lebih mudah larut dalam air.

Garam dari asam lemak yang terpisah kemudian dilepaskan kembali menjadi asam dengan pengamasan. Asam-asam lemak yang terlepas kemudian dimurnikan dan dipisahkan melalui kromatografi gas.

6.8.2 Pereaksi

6.8.2.1 Larutan kalium hidroksida, KOH 10 N :

Timbang sebanyak 5,61 g kalium hidroksida, larutkan dalam 5 ml air suling aduk sampai larut sambil didinginkan, setelah dingin tambahkan air suling dan impitkan sampai tanda garis pada labu ukur 10 ml.

6.8.2.2 Campuran larutan etanol-dietil eter (3:1 v/v).

6.8.2.3 Petroleum eter (30-60°C)

6.8.2.4 Larutan asam klorida -1,5 N.

Pipet 2,65 ml asam klorida pekat, larutkan sampai 20 ml dengan air suling.

6.8.2.5 Heptana, untuk khromatografi.

6.8.2.6 Metanol yang mengandung kurang dari 0,5 % (m/m) air.

6.8.2.7 Natrium sulfat anhidrat.

6.8.2.8 Larutan KOH dalam metanol 1 N. Larutkan 5,6 g KOH dalam 100 ml metanol.

6.8.2.9 Nitrogen yang mengandung kurang dari 5 mg/kg oksigen.

6.8.3 Peralatan

6.8.3.1 Kromatografi dilengkapi dengan integrator :

Detektor	: Flame Ionization Detector (FID)
Kolom	: Gelas, ukuran 4,1 m x 3,2 mm (1D) atau yang setara.
Isi kolom	: 20% DEGS pada Chromosorb. WAW 60/80 mesh, temperatur maks. 225°C atau yang setara
Gas pembawa	: Nitrogen
Suhu awal kolom	: 100°C
Suhu akhir kolom	: 180°C
Suhu injektor	: 210°C
Suhu detector	: 210°C
Ukuran	: 5 ul

6.8.3.2 Alat-alat gelas

Labu lemak, corong pemisah, labu ukur, erlenmeyer, refluks, pengaduk magnet, erlenmeyer bermulut sempit.

6.8.3.3 Penangas air

6.8.3.4 Vacum rotary evaporator

6.8.3.5 Neraca analitik

6.8.3.6 Tabung dalam (inlet tube) untuk mengalirkan gas nitrogen.

6.8.4 Cara kerja

6.8.4.1 Penyabunan lipid dan pembebasan asam lemak

a. Penyabunan

- Timbang kira-kira 1 gram contoh, masukkan kedalam erlenmeyer.
- Tambahkan 50 ml campuran larutan etanol : dietil eter (3 : 1 v/v) dan 0,5 ml KOH 10 N.
- Letakkan labu diatas penangas air yang mendidih selama 2 jam dengan pendingin tegak (jika perlu tambahkan lagi etanol agar volumenya tetap).
- Dinginkan dan tambahkan kira-kira 30 ml air untuk menghasilkan larutan sabun yang mengandung 50% etanol-air, dan pindahkan kedalam corong pemisah.
- Tambahkan 75 ml petroleum-eter (30-60°C) dalam corong pemisah samb.i1 dikocok dengan kuat dan biarkan semalaman atau sampai larutan tersebut jernih dan memisah bagian atas terdiri dari petroleum eter dan sterol-sterol (cholesterol) dan bagian bawah adalah air-alkohol dengan garam-garam kalium dari asam lemak.
- Pindahkan phase petroleum-eter yang mengandung sterol untuk ditetapkan dengan kromatografi gas atau secara kolorimetri.
- Cuci bagian bawah dengan petroleum-eter sebanyak 3 kali kemudian pisahkan untuk di anal.isa asam lemak.

b. Pembebasan asam lemak

- Ke dalam lapisan bawah yang telah dipisahkan tadi, tambahkan 10 ml NCI 1,5"N dan 75 ml petroleum-eter lalu kocok dan biarkan sampai larutan tersebut jernih dan memisah.
- Phase bagian atas adalah petroleum-eter yang mengandung asam lemak. Phase bagian bawah dicuci dengan petroleum-eter sebanyak 3 kali, kemudian dipisahkan.
- Ke dalam petroleum yang mengandung asam lemak tambahkan kira-kira 30 ml air sebagai pencuci, lalu kocok, kemudian phase air yang terdapat dibagian bawah dibuang.
- Keringkan petroleum eter.

6.8.4.2 Metilasi**6.8.4.2.1 Metilasi dengan BF₃**

- a. Tambahkan BF₃-metanol ke dalam asam lemak (100/200 mg asam lemak dapat di metilasi dengan 3 ml pereaksi)
- b. Didihkan pada penangas air yang berisi air mendidih selama 2 menit. Pindahkan campuran ini kedalam corong pemisah dan tambahkan kira-kira 30 ml petroleum eter dan 20 ml air, lalu kocok, huanng lapisan bawah.
- c. Uapkan petroleum eter pada suhu dibawah 40°C dan asala lemak yang terbentuk di encerkan sampai 1 ml dengan petroleum-eter. Lalu diinjeksikan ke alat kromatografi gas.
- d. Injek larutan standar

6.8.4.2.2 Metilasi tanpa BF₃

- a. Timbang kira-kira 4 g lemak kedalam labu dasar atau erlenmeyer. Jika minyak atau asam lemak tersebut termasuk asam lemak yang mengandung lebih dari 2 ikatan rangkap, disarankan untuk mengeluarkan udara dari metanol dan labu tersebut dengan mengalirkan gas Nitrogen kedalam metanol tersebut beberapa menit.
- b. Tambahkan 40 ml metanol, 0,5 ml larutan KOH dan batu didih.
- c. Kencangkan kondensor reflux, aduk dan didihkan larutan harus menjadi jernih. Reaksi umumnya selesai 5 - 10 menit.
- d. Dinginkan erlenmeyer dengan air yang mengalir dan pindahkan'isinya kedalam corong pemisah.
- e. Bilas erlenmeyer dengan 20 ml heptana, kemudian pindahkan isinya kedalam corong pemisah.
- f. Tambahkan air kira-kira 40 ml, kocok dan biarkan memisah. Senyawa ester akan berada pada lapisan paling atas heptana, pisahkan.
- g. Ekstrak lagi lapisan yang mengandung air dengan 20 ml heptana.
- h. Gabung kedua ekstrak dan cuci dengan 25 ml air. Pisahkan dan keringkan larutan ester dengan Natrium sulfat anhidrat.
- i. Saring melalui benang wool kedalam erlenmeyer bermulut sempit dan uapkan larutan

sehingga menjadi 20 ml diatas penangas air sambil dialiri gas nitrogen. Lalu diinjeksikan ke alat khromatografi gas

6.8.5 Perhitungan

Hitung konsentrasi tiap komponen sebagai presentasi berat dari metil ester dengan menentukan presentasi yang diwakili oleh tiap area dibawah masing-masing puncak (peak) dengan rumus berikut :

$$\% \text{ asam lemak} = \frac{\Lambda_i}{\sum \Lambda} \times 100$$

Keterangan .

Λ_i adalah area dibawah puncak komponen i

$\sum \Lambda$ adalah jumlah area dibawah semua puncak

Hasil ditulis dengan satu decimal.

6.9 Antioksidan

6.9.1 Prinsip

Penentuan kandungan antioksidan-antioksidan dengan cara pemisahan masing-masing komponen dengan menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi dan membandingkannya dengan standar.

6.9.2 Peralatan

6.9.2.1 Gradient Liquid Chromatograph, yang dilengkapi dengan recorder pencatat 10-mv, pipa loop injeksi untuk 20 ul contoh dan alat pengukur detector pada 280 nm.

6.9.2.2 Kolom HPLC, stainless steel, panjang 250 mm, 4,6 mm i.d, dikemas dalam lichrosorb 10 um RP-18 atau yang setara. Gunakan "guard column" jika diperlukan 7 jenis antioksidan harus didapat pada pemisahan kromatogram.

6.9.2.3 Gelas piala pyrexTM 50 ml & 150 ml.

6.9.2.4 Corong pemisah (separator) 125 ml dan 250 ml.

6.9.2.5 Labu ukur, 50 ml dan 100 ml.

6.9.2.6 Labu dasar bulat (labu didih) 250 ml.

6.9.2.7 Gelas ukur bertutup, 10 ml.

6.9.3 Pereaksi

6.9.3.1 Pelarut, didestilasikan dalam gelas, Acetonitril HPLC grade, 2-propanol dan heksana.

6.9.3.2 HPLC mobile phase, pelarut HPLC grade atau yang setara :

a. Aquabides, ditambah 5% asam asetat.

b. Asetonitril, ditambah 5% asam asetat.

6.9.3.3 Standar Antioksidan : BHA (Campuran dari 2 dan 3 isomer_), BHT, TBHQ, Lonox-100, THBP dan PG, NDGA (Food chemicals codex reference standard) atau yang setara.

6.9.3.4 Larutan standar : dinginkan semua larutan antioksidan di refrigerator dan terhindar cahaya. Siapkan semua larutan dengan 2-propanol + acetonitril (1 : 1).

a. Larutan stock (1 mg/ml). Dengan teliti timbang dan pindahkan masing-masing 50 mg antioksidan ke dalam labu ukur 50 ml, larutkan, encerkan sampai tanda garis dan kocok.

b. Larutan standar (0,01 mg/ml - 10 µg/ml). Pipet 1 ml larutan stock/cadangan ke dalam tabung ukur 100 ml, encerkan sampai tanda garis dan kocok.

6.9.3.5 Pelarut untuk ekstraksi, jenuhkan heksana dan acetonitril dengan mengocok selama 2 menit dan pisahkan. Gunakan pelarut jenuh ini untuk ekstraksi berikut, kecuali ada tujuan khusus.

6.9.4 Cara kerja

6.9.4.1 Ekstraksi minyak

a. Timbang dengan teliti 20 mg minyak ke dalam gelas piala 50 ml dan secara kuantitatif pindahkan ke labu ukur 100 ml, bilas gelas piala dengan heksana. Encerkan sampai tanda garis dengan heksana dan campurkan.

b. Pipet 25 ml "aliquot" ke dalam corong pemisah 125 ml dan ekstrak dengan 3 porsi a 50 ml asetnitril. Jika terbentuk emulsi, hilangkan emulsi tersebut dengan membiarkan corong pemisah tersebut diatas air hangat selama 5 - 10 detik. Kumpulkan ekstrak dalam corong pemisah 250 ml dan biarkan ekstrak mengalir perlahan ke dalam labu didih 250 ml untuk mempermudah pemisahan titik-titik minyak dari heksana.

Catatan :

Pada saat ini, ekstrak acetonitril 150 ml dapat disimpan semalaman dalam keadaan dingin di refrigerator.

c. Uapkan ekstrak asetnitril sampai 3-4 ml dengan menggunakan labu penguap dengan penangas air pada suhu tidak lebih dari 40°C.

Penguapan harus sudah selesai selama kurang dari 10 menit.

Catatan : Kehilangan TBHQ depot terjadi pada penguapan terlalu lama. Gunakan sistem vakum yang efisien dan pendinginan dengan air es untuk mengurangi waktu penguapan.

d. Gunakan pipet sekali pakai, pindahkan campuran asetnitril dan minyak ke dalam gelas ukur 10 ml. Bilas wadah dengan sedikit acetonitril tidak jenuh dan pindahkan bekas bilasan ke dalam gelas ukur tersebut menggunakan pipet sampai terkumpul 5 ml. Bilas pipet dan teruskan membilas wadah (flask) tersebut ke dalam gelas ukur sampai tepatnya terkumpul 10 ml. Campurkan semua isi gelas ukur tersebut.

Catatan : Hindari penundaan analisis setelah penguapan contoh karena kehilangan TBHQ dapat terjadi.

6.9.4.2 Ekstraksi lemak atau shortening

a. Timbang dengan teliti 10 g lemak atau shortening ke dalam labu ukur 150 ml. Larutan contoh dengan menambahkan kira-kira 30 ml heksana, panaskan perlahan jika perlu. Encerkan sampai tanda garis dan kocok. Pipet 25 ml "aliquot" ke dalam corong pemisah

125 ml.

- b. Lanjutkan ekstraksi seperti cara kerja 1 (b).

6.9.4.3 Kromatografi

- a. Siapkan alat kromatograf cair kinerja tinggi pada :

- Kondisi operasional khusus, sensitivitas detektor, 0,05 AUFS; waktu konstan, 0; suhu \pm kamar, kecepatan alir : 2 ml/menit.
- Gunakan linier gradient dari 30% (b) dalam (a) sampai 100% (b) selama 10 menit, kemudian selama 4 menit dipertahankan pada 100 % (b) pada kecepatan alir 2 ml/menit.
- Khusus untuk contoh, naikan kecepatan alir sampai 6 ml/menit pada 100% larutan (b) selama 5 menit, atau sampai lipid nonpolar (eluted).
- Untuk contoh dan standar, konbalikan pada kondisi 30%, (b) selama 1 menit pada 2 ml/menit, dan biarkan baseline, tekanan dan komposisi phase-mobile stabil, memerlukan sekitar 10 menit.
- Jalankan blank gradient (tanpa injeksi)
- Harus tidak ada peak yang rancu (interfering), jika peak yang kecil tidak dapat dihilangkan, semua tinggi peak lain harus dikoreksi.

- b. Injek 20 mikroliter larutan contoh yang sudah disiapkan.

- c. Injek 20 mikroliter larutan standar.

- d. Identifikasi peak dengan membandingkannya dengan waktu retensi standar.

Catatan : Oktal galat, jika ada dapat "coelute" dengan lonox-100, tetapi dapat dipisahkan dengan "H₂O- methanol gradient" sebagai berikut . 30% (c) (metanol dengan 5% esem asetat) dalam (a) (H₂O dengan 5% asam asetat) sampai 100 % (c) selama 10 menit. Jika kedua lonox,-100 dan okt_il galat ada, dapat dilakukan perhitungan yang tepat.

- e. Lakukan deternainasi larutan dengan larutan blanko, ganti heksana-minyak dengan 25 ml heksana. Lanjutkan ekstraksi seperti pada cara kerja 1 (b). Injeksikan 20 mikroliter larutan blanko, dan program pelarut seperti dijelaskan. Peak yang rancu (interfering) dengan determinasi antioksidan lain tidak boleh ada. Gunakan khromatogram blanko sebagai acuan, tentukan tinggi rata-rata peak dari contoh antioksidan dari 2 (duplo) injeksi dan rata-rata tinggi peak dari antioksidan standar dari dua kali (duplo) injeksi sebelum dan sesudah contoh.

6.9.5 Perhitungan

Hitung konsentrasi antioksidan sebagai berikut :

$$\text{Antioksidan, mg/kg (ppm)} = \frac{R \times C_s}{R' \times W_x} \times D$$